1/1

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number:

05-140613

(43)Date of publication of application: 08.06.1993

(51)Int.CI.

B22F 3/10

B22F 3/14

C22C 1/04

C22C 27/04

(21)Application number: 03-306057

(71)Applicant:

NIPPON TUNGSTEN CO LTD

(22)Date of filing:

21.11.1991

(72)Inventor:

ITO HIROSHI

YAMAMOTO HIROSHI **NAKANO OSAMU**

(54) PRODUCTION OF TUNGSTEN SINTERED BODY

(57)Abstract:

PURPOSE: To provide a method for producing a tungsten sintered body having a relatively high sp.gr. by indirect heating at relatively low temp.

CONSTITUTION: A tungsten powder is press-formed, sintered to ≥17 sp.gr. in a nonoxidizing atmosphere and then subjected to HIP (hot hydrostatic pressing) to obtain the high-density sintered body having i98% relative density. The particle diameter of the tungsten powder to be used is preferably controlled to $0.5-1.5 \mu$ m.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

20.02.1998

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

3121400

[Date of registration]

20.10.2000

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of

rejection]

[Date of extinction of right]

18.03.2002

(19)日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報 (B2)

(11)特許番号

特許第3121400号 (P3121400)

(45)発行日	平成12年12月25日(2000.12	. 25)
---------	---------------------	-------

(24)登録日 平成12年10月20日(2000.10.20)

(51) Int.Cl. ⁷	識別記号	FΙ		
B 2 2 F 3/10		B 2 2 F 3/10	F	
3/15		3/15	M	
C 2 2 C 1/04		C 2 2 C 1/04	D	
27/04	1 0 1	27/04	101	

請求項の数1(全 3 頁)

(21)出顧番号	特願平3-306057	(73)特許権者	000229173		
			日本タングステン株式会社		
(22)出願日	平成3年11月21日(1991.11.21)		福岡県福岡市博多区美野島1丁目2番8		
			号		
(65)公開番号	特開平5-140613	(72)発明者	伊藤博		
(43)公開日	平成5年6月8日(1993.6.8)		福岡県福岡市南区清水2丁目20番31号		
審査請求日	平成10年2月20日(1998.2.20)		日本タングステン株式会社内		
		(72)発明者	山本 弘		
			福岡県福岡市南区清水2丁目20番31号		
			日本タングステン株式会社内		
		(72)発明者	中野 修		
			福岡県福岡市南区清水2丁目20番31号		
			日本タングステン株式会社内		
		(74)代理人	100105577		
			弁理士 堤 隆人 (外1名)		
		審査官	山本 一正		
			最終頁に続く		

(54)【発明の名称】 タングステン焼結体の製造方法

1

(57)【特許請求の範囲】

【請求項1】 0.5 μm以上1.5 μm以下の粒径で あるタングステン粉末をプレス成形した後、非酸化性雰囲気において比重17以上まで焼結し、次いでHIP (熱間静水圧プレス)処理を施すタングステン焼結体の 製造方法。

【発明の詳細な説明】

[0001]

)

【産業上の利用分野】本発明は、るつぼ、パイプ、ブロック等の形状を有するタングステン焼結体の製造方法に 10 関する。

[0002]

【従来の技術】従来、3410℃という高い融点を持つ タングステンの焼結体は、所定の形状に成形したタング ステン圧粉体を水素炉中で1100~1300℃に加熱 2

して予備焼結を行なった後、該予備焼結体の両端を電極でクランプし、水素雰囲気中で直接通電して2700~3000℃に加熱し焼結する通電加熱焼結法によって作られていた。

【0003】しかしながら、このような方法においては、予備焼結体の両端をクランプし直接通電して全体を均一に発熱させる必要上、形状に制限があり、単純な棒状のものしか得られず、複雑な形状の焼結体が必要なときは、前記棒状の焼結体から切削加工等の方法により、所定の形状に切り出していた。このため製品歩留りが悪く、また多くの加工工数を必要とする等の問題があった。

【0004】また、炉中で間接加熱により焼結体を得ようとする試みもあったが、この場合は、例えば1700 ℃においては比重14~15程度の、また2000℃に おいても比重16程度の焼結体しか得られず、焼結体は ポーラスで脆いという問題があった。

[0005]

【発明が解決しようとする課題】本発明は、このような 従来技術の問題を解決すべくなされたもので、比較的低 い温度の間接加熱において比重の高い焼結体が得られる タングステン焼結体の製造方法を提供することを目的と

[0006]

【課題を解決するための手段】本発明は、0.5μm以 10 <u>上1.5 μ m以下の粒径である</u>タングステン粉末をプレ ス成形した後、非酸化性雰囲気において比重17以上ま で焼結し、次いでHIP(熱間静水圧プレス)処理を施 すことを特徴とする。

【0007】本発明の実施に際し、プレス条件、焼結条 件は特に規定されるものではない。一般には作業の容易 さの点から、プレス圧力1~1.5t/cm'、焼結温 度1600~1700℃付近で行なうのが良い。温度1 700℃以下であれば、モリブデン線をヒーターとした 通常の電気炉を用いることができる。焼結時の雰囲気も 20 非酸化性であれば特に限定されるべきものではないが、 通常は水素雰囲気が用いられる。一般に他の雰囲気に比 べ、水素雰囲気の方が比重の高い焼結体が得られ易い。 これは粉末粒子表面の酸化皮膜が水素により還元される ためと考えられる。

[0008]

【作用】HIP処理前の焼結体の比重が17以上であれ ば、HIPに際し、キャニング等の前処理は不要であ る。また、焼結体の比重が17未満の時はHIPによる 比重向上の効果が充分得られない。

【0009】比重17以上のタングステン焼結体はオー プンポアーが少なく空孔が閉じられているため、HIP 処理により緻密化が進み、相対密度98%以上の高密度* * 焼結体が得られる。使用するタングステン粉末の平均粒 子径が1.5μm以下であれば、1700℃付近の通常 の焼結で比重17以上の焼結体が得られ、HIP処理が 可能となる。また平均粒子径0.5μm以上のタングス テン粉末を用いることにより圧粉体密度の低減を防ぎ、 焼結時の収縮も比較的少なくすることができる。

[0010]

【実施例】図1に、プレス圧力1 t/c m'、焼結17 00℃、10時間における粉末平均粒子径(d)とHI P前焼結体の比重 (SG)の関係を示す。なお、平均粒 子径はフィッシャーサブシーブサイザにより測定した。 図1に示されるように、平均粒子径1.5μm以下のと き、比重17以上の焼結体が得られる。

【0011】図2は、プレス圧力1t/cm²、焼結1 600℃、3時間における粉末平均粒子径(d)と焼結 体の線収縮率(sr)の関係を示す。図から明らかなよ うに、平均粒子径が0.5μmより小さくなると圧粉体 密度が小さくなり、焼結時の収縮率が30%を超え、焼 結体の変形が大きくなる等の問題が生じた。

【0012】これにより、、望ましい粉末の平均粒子径 は $0.5 \mu m$ 以上 $1.5 \mu m$ 以下であることが判る。い うまでもなく、変形等が問題にならない製品形状であれ は、本発明の実施に際し0.5 µm未満のタングステン 粉末を用いることは差し支えない。

【0013】平均粒径が、0.54μmから1.09μ mのタングステン粉末5種類を、圧力1t/cm'でプ レスし、次いで水素中1600℃で3時間焼結した。こ の時の焼結体の比重はいずれも17以上であった。次に この焼結体をアルゴン雰囲気中1460℃、1800気 30 圧でHIP処理を行なった。結果を表1に示す。

[0014]

【表1】

粉末平均粒子径(µm)	0. 54	0.68	0.81	0. 95	1.09
焼結体比重	18. 2	17.8	17. 5	17.0	17.0
線収縮率(%)	28. 7	24.7	22. 7	19.8	16. 1
HIP後比重	19.0	19.0	19. 1	19.0	18. 9

表1から明らかなようにHIP処理後の焼結体は比重1 8. 8以上(相対密度98%以上)であった。

【0015】比較のために、平均粒子径3.37 µmの 通常のタングステン粉末を同条件で焼結したところ、そ の密度は12.8と本発明の実施例と比較して低いもの であった。

[0016]

【発明の効果】本発明によって以下の効果を奏する。 【0017】(1)通常のタングステン粉末を用い、し かも比較的低い温度で高密度のタングステン焼結体が得 50 粒子径(d)と焼結比重(SG)の関係を示すグラフで

られる。

【0018】(2)単純形状の焼結体は勿論、複雑な形 状のタングステン焼結体の製造に適用でき、反応容器・ 放電電極あるいは各種機械部品の製造に好適である。

【0019】(3)製品形状に比較的近い形の焼結体の 製作ができ、後加工が少なくてすみ、製品歩留りも良

【図面の簡単な説明】

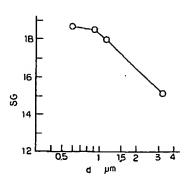
【図1】 1700℃、10時間焼結した時の粉末平均

ある。

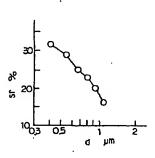
子径(d)と焼結時の線収縮率(sr)の関係を示すグ 平均粒 ラフである

【図2】 1600°C、3時間焼結した時の粉末平均粒* ラフである。

[図]]



[22]



フロントページの続き

(56)参考文献 特開 昭49-119903 (JP, A)

(58)調査した分野(Int.Cl.', DB名)

822F 3/10822F 3/15C22C 1/04

)